

## 公開特許公報

昭53—43612

⑤Int. Cl.<sup>2</sup>

識別記号

⑥日本分類

庁内整理番号

④公開 昭和53年(1978)4月19日

B 22 F 9/00

10 J 132

6813—42

C 21 B 15/00

12 C 243

6694—39

発明の数 1

審査請求 未請求

(全 9 頁)

## ⑭高密度還元鉄粉の製造方法

⑰特 願 昭51—118471

⑱出 願 昭51(1976)10月4日

⑲発 明 者 遠藤一哉

千葉市園生町1351

同 伊藤俊治

千葉市都賀4丁目12番2号

同 高城重彰

千葉市南町2丁目20番6号

⑲発 明 者 栗山堯

千葉市千城台東3丁目6番4号

同 春富夫

千葉市大宮台4丁目14番7号

⑲出 願 人 川崎製鉄株式会社

神戸市葺合区北本町通1丁目1

番28号

⑲代 理 人 弁理士 杉村暁秀 外1名

## 明 細 書

1. 発明の名称 高密度還元鉄粉の製造方法

## 2. 特許請求の範囲

1. 粒度分布において、-325メッシュが10~50%、+325~-100メッシュが90~30%、+100メッシュが20%以下であるミルスケールを原料とし、これに水溶性有機バインダーを加えてペレット化し、次に乾燥したのち焙焼して焙焼ペレットとし、続いて自然降下式の縦型還元炉で粗還元した後仕上還元および解砕することを特徴とする高密度還元鉄粉の製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

この発明は、従来の還元鉄粉より見掛け密度、圧粉密度、焼結密度が高く、機械的強度が優れた還元鉄粉を大量に製造することができる高密度還元鉄粉の製造方法に関する。

粉末冶金技術の進歩とともに粉末冶金部品の機械的強度の改善が要求されている。この目的を達成するひとつの方法として強度と直接相関のある

焼結部品の密度の向上がある。それには焼結前の圧粉密度を高くするため、鉄粉の見掛け密度を高くしたり、圧縮性のよい鉄粉を製造したりする努力が払われている。

従来、粉末冶金用鉄粉としては、一般に噴霧鉄粉、電解鉄粉および還元鉄粉が用いられている。これらのうち、噴霧鉄粉の粒子形状は一般にほぼ球状であり、電解鉄粉の粒子形状は普通鱗片状である。それゆえ、噴霧鉄粉および電解鉄粉の粒子表面は比較的単純でかつ滑らかであるため、圧縮成形した時に粒子同士のからみ合いが悪く、圧粉凝集体として成形したときに圧粉体の角が欠損したり形がくずれたりする恐れがある。従って、噴霧鉄粉や電解鉄粉は粉末の圧縮性が良好で圧粉密度の高い成形体が得られる反面、成形性に弱点があり、複雑な形状の製品の原料鉄粉として好ましくない。

一方、還元鉄粉においてはその圧粉密度は低く、成形圧力が $5t/cm^2$ において $660\sim 675g/cm^3$ 程度である。この還元鉄粉の粒子は不規則表面よ

りなりかつまた粒子内部に還元による気孔を有するため、見掛密度は一般に低くなり、粉末の圧縮性の点では噴霧鉄粉および電解鉄粉よりも低目になるが、粒子形状が不規則なるゆえに、圧縮成形の際に粒子同士のからみ合がよく、圧粉体の欠損および形くずれに対する抵抗つまり成形性の点では噴霧鉄粉および電解鉄粉にまさっている。

そこで、従来より、前記還元鉄粉の特徴を生かしつつさらに高見掛密度、高圧粉密度、高焼結密度の還元鉄粉を得るために、種々の試みがなされてきた。

すなわち、特公昭47-2020号公報および特公昭46-37650号公報に見られるごとく、海綿鉄粉または低見掛密度の還元鉄粉に圧延ロール、圧縮プレスなどにより機械的外力を加えて圧縮変形を起こさしめ、得られた海綿鉄粉の圧粉体もしくは鉄粉の圧粉体を公知の方法で粉砕処理して粉末とし、熱処理する方法がある。

前述したうち、特公昭47-2020号公報に記載された従来技術の問題点は、海綿鉄粉を圧延ロ

( 3 )

および窒素が10ppm以下となるように処理することにより、圧粉密度の高い粉末冶金用鉄粉を製造する方法がある。

この方法では、炭素含有量を0.01重量%以下とする場合に一回の熱処理でその目的を達成できるが、脱窒が困難であるという問題を有している。一般には、まず水蒸気を含む水素系のガス中で800~1000℃の温度で仕上還元をかねて脱炭を行い、次にN<sub>2</sub>ガス含有量の少ない水素系のガス中で500~800℃で脱窒を行う必要があり、二段の熱処理が施される。この方法は前者の特許公報より優れている方法であるが成形性に劣る問題を有している。

さらに、特公昭50-28323号公報に見られるごとく、鉄鉱石、硫化鉄焙焼鉱あるいは酸化鉄粉末をそのままか、あるいはこれら酸化鉄の還元に不十分な程度の量の固体還元剤粉末を混合して、種々の形状を有する小塊に成形した後、固体還元剤粉末とともに耐熱性容器に充填し、少なくとも1000℃以上の温度に加熱して還元するいわゆる

( 5 )

ール等で脆い板状に圧縮するのであるが、この場合、海綿鉄を製造すると一般に炭素含有量が0.2~0.4重量%となつて硬度が高くなるために、上記圧延で海綿鉄中の気孔をつぶすことは非常に労力が必要となり、また、生産性も非常に悪く工業的には良い方法とは言えないところにある。

また、特公昭46-37650号公報に記載された従来技術の問題点は、その実施例にあるように還元鉄粉を圧延ロールで0.32~0.70mmの板状圧粉体をつくり、これを粉砕機にかけ、その後400~700℃の温度で焼鈍することは生産性が非常に悪いところにある。さらに、見掛密度が1.41g/cm<sup>3</sup>程度の還元鉄粉などでは、これにロール掛-粉砕-加熱-粉砕-ロール掛-粉砕-加熱-粉砕を施して見掛密度を2.74g/cm<sup>3</sup>程度にすることができ、工程が煩雑であるとともに極めて生産性が悪いため、工業的には良い方法と言えない問題点もある。

そのほか、特開昭48-47408号公報に見られるごとく、熱処理によつて炭素が0.01重量%以下

( 4 )

ヘガネス法で高密度鉄粉を製造する方法も知られているが、この方法では還元ペレットとコークス中の灰分との分離が難かしい問題を有している。また、ペレットにコークス粉末を内装した場合に特にコークス中の灰分の分離が難かしく、この分離のためには磁選を強化する必要があるが、こうすると鉄粉の回収歩止りの低下が著しくなる欠点を有している。

また、従来方法であるヘガネス法でミルスケールまたは鉄鉱石等の粉末を還元する場合に粉末そのままをサガー(sagger)に充填する場合上、自然落下に近い状態で充填するため充填密度はミルスケールペレットの密度程上昇せず、したがって得られる海綿鉄の見掛密度が低い欠点を有している。

この発明の目的は、上述した従来欠点を解消し、従来の還元鉄粉よりも見掛密度、圧粉密度、焼結密度が高く、機械的強度に優れしかも成形性の良い還元鉄粉を大量に製造しうるようにすることにある。

( 6 )

この発明は、従来のペレット用酸化鉄あるいは鉄鉱石粉よりも粗粒に調整したミルスケールもしくは焙焼したミルスケール等を原料とし、これにポリビニルアルコール、リグニン等の炭素、水素、酸素などを主成分とする水溶性有機バインダー（好ましくは濃度1〜2重量%）をたとえばミルスケール/kgに対して50〜150cc程度添加し、皿型造粒機あるいはボーリングドラムなどの使用により造粒して球状ペレット化したのちこれを乾燥、焙焼し、望ましくは圧潰強度100kg以上かつペレットの見掛密度 $4.0\text{g/cm}^3$ 以上なる焙焼ペレットを製造し、これをペレットに荷重のかかる自然降下式の還元炉たとえば還元シャフト炉で粗還元を行い、つぎに得られた還元ペレットに対して粉砕、仕上還元および解砕を施して従来の還元鉄粉に比べて見掛密度、圧粉密度、焼結密度が高く、かつ機械的強度の優れた還元鉄粉を製造することを特徴とするものである。

前述したように、この発明では製鉄所の圧延工程等で発生するミルスケールを原料とするが、こ

( 7 )

ルスケールとしては大きさを違いがある。ここで、ミルスケールには、ミルスケールを軽く焙焼したものも含まれる。

前述したミルスケールは、その粒度分布において、 $-3.25$ メッシュが10〜50%、 $+3.25 \sim -100$ メッシュが90〜30%、 $+100$ メッシュが20%以下となるように調整する。このような粒度分布を有するミルスケールは、鉄鉱石ペレットに施す通常の方法では造粒できない。この理由は、ミルスケールの粒度が粗いことと、ミルスケールには油が含まれていることにある。従来のごとく、造粒が可能になるまでミルスケールを細かく粉砕してもよいが、このように細かくすると製品鉄粉の見掛密度が低下し、所望の目的は達成されない。すなわち、 $-3.25$ メッシュが50%のミルスケールを原料として造粒する際、水添加だけでは5〜15%のペレットは製造されにくい。一方、 $-3.25$ メッシュが50%を超える微粒ミルスケールを原料とすれば、水の添加だけでペレット化することができる。しかし、これをシャフト炉で粗還元し

( 8 )

の場合、高見掛密度の鉄粉とするにはミルスケールの粒度に最適の範囲が存在することを本発明者らは見出した。

まず、前述した本発明の構成において、鉄粉原料をミルスケールに限定した理由の1つは、T・Fe分が高いこと、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$ 等の非金属介在物が鉄石のものよりきわめて低いこと、また、P、Sも鉄石のものより低いことにある。すなわち、純度のよい鉄酸化物であることによる。つまり、非金属介在物が多量に入っていると、原料または還元ペレットの粉砕後もしくは仕上還元後に磁選を施し、しかも歩留りの低下をもたらす過度な磁選でこれら非金属介在物を粉末から除去しなければならない。この発明の場合、原料はリムド鋼、セミキルド鋼、キルド鋼のミルスケールであるため、非金属介在物は非常に少なく磁選の必要はない。

ミルスケールに限定した第2の理由は、還元後のペレットの気孔が少なく、高密度の還元ペレットが得られることにある。この点で、鉄鉱石とミ

( 9 )

たのち粉砕、仕上還元および解砕を経て鉄粉にしてみると、鉄粉の見掛密度は $2.30\text{g/cm}^3$ と低い値であつた。また、還元ペレットの見掛密度も低かつた。

従つて、シャフト炉を用いて高見掛密度、高圧粉密度、高焼結密度の還元ペレットを製造するには、粒度が比較的粗いミルスケールを原料としなければならないことがわかつた。そこで種々の検討を重ねた結果、水の代わりにポリビニルアルコール、リグニン水溶液等の炭素、水素、酸素などを主成分とする水溶性有機バインダーを適宜添加することにより粗粒のミルスケールを原料としても造粒が可能となつた。この場合、この発明に使用するバインダーは粉末冶金用などの原料粉を製造するのであるから、当然に不純物の混入は避けなければならない。従つて、加熱によつて容易に気化するような有機系バインダーが必要であり、灰分等の残留分を生ずるものは避けるべきである。また、前記高見掛密度の還元鉄粉を得るに適するミルスケールの粒度分布は、 $-3.25$ メッシュが

( 10 )

10~50%、+325~100メッシュが90~30%、+100メッシュが20%以下の範囲であることが判明した。

すなわち、-325メッシュが50%を越えると、還元ペレットの密度が上昇しないため所望の高密度は得られない。また、-325メッシュが10%未満では高濃度のポリビニルアルコール、リグニン水溶液を添加しても造粒性が悪く、所望のペレット径5~15mmφの歩留りが非常に悪くなる。また、+100メッシュが20%を越えると同様に5~15mmφのペレットの歩留りが低下する。このように、ミルスケールをペレット化し、高見掛密度鉄粉を製造するには適度の粒度分布範囲が存在する。

次にポリビニルアルコール、リグニン、等の水溶性有機バインダーの適切な添加量については、好ましくは1~12重量%の濃度の水溶液で、前記のミルスケール/kgに対して50~150ccの範囲が望ましいことが判明した。すなわち、濃度が1重量%未満、添加量が50cc未満の場合には、

( 11 )

焼成雰囲気は空気中でよいが、空気中の酸素含有量より酸素が多い雰囲気では焙焼すれば焙焼時間が短縮できる。こうすれば、見掛密度 $4.0g/cm^3$ 以上で圧潰強度100~350kgの焙焼ペレットを得ることができる。

ここで、高い圧潰強度が得られる理由としては次のようなことが考えられる。すなわち、ヘマタイト鉱石ペレットの強度は焙焼時の焼結のみに依存し、マグネタイト鉱石ペレットでは焼結と酸化の酸化反応とにより圧潰強度が得られるのに対し、ミルスケール粉末を使用した場合にはその構成成分がFeOとFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>であるがために、ミルスケールペレットの焙焼時には焼結と過度の酸化反応とにより強度が得られる。言い換えれば、焙焼ペレットの強度を主として焼結により得る場合には鉄鉱石のように粒度の細かいすなわち比表面積の大きい粉末が有利である。これに反して強度を過度な酸化反応と焼結に依存する場合にはミルスケール粉末のように粒度の比較的粗いものでも所望の圧潰強度が得られる。

( 13 )

濃度が低く熱的に不足するのでバインダーとしての役割が非常に小さくなり、乾燥後の圧潰強度が2kgに満たず、次工程での取扱いに支障を来すことになつて望ましくない。また、濃度が12重量%、添加量が150ccを越えた場合には、ポリビニルアルコール、リグニン、などの水溶液は非常に強い粘着性をもつことになり、造粒の際に15mmφを越えるペレットが大量にでき、ペレット製造時の原単位が高くなるので好ましくない。従つて、水溶性有機バインダーの濃度は1~12重量%、その添加量はミルスケール/kgに対し50~150ccの間に好ましい範囲が存在する。

このようにしてミルスケールを原料とし、これに水溶性有機バインダーを加えて皿型造粒機あるいはボーリングドラムなどを使用して造粒し、球状ペレット化したのち乾燥、焙焼する。この焙焼条件は700~1000℃で保持時間2~10時間程度とすればよい。この際に使用する焙焼炉は、電気炉、油を燃焼させて加熱するロータリーキルンなどの公知のものを使用すればよく、その際の焙

( 12 )

一般に酸化開始温度と焼結開始温度とでは差異がある。すなわち、前者の温度が低く、後者の温度が高い。このため、ミルスケールペレットと鉄鉱石ペレットとでは適切な焙焼温度に違いが発生する。そして、鉄鉱石ペレットの適切な焙焼温度は1000℃を越え、ミルスケールペレットの適切な焙焼温度は1000℃以下である。ここがミルスケールペレットと鉄鉱石ペレットとが根本的に異なる点である。

さらに、ミルスケール粉末はFeOとFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>とから成る混合物である。これらのFe<sup>2+</sup>は、例えば、700℃3時間の焙焼では81.1%がFe<sup>2+</sup>となり、900℃3時間の焙焼では95.8%がFe<sup>2+</sup>となり、1000℃3時間の焙焼では全量がFe<sup>2+</sup>となるので次工程のシャフト炉還元での被還元性の優れた焙焼ヘマタイトペレットが得られる。

焙焼の際には急熱、急冷はできるだけ避け、望ましくは昇温、降温速度が400℃/hr以下となるようにする。なぜならば、急速な加熱の場合には、ミルスケール焙焼ペレットの外殻はヘマタイトで

( 14 )

あるが内部は大きな $\text{FeO}$ または $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 粒子である二重組織となり、焙焼ペレットに同心円状の亀裂が入るためである。一方、冷却速度が急速な場合には内部に熱的な歪が生じ、強度の弱い焙焼ペレットとなるので急冷は避けるべきである。

以上のようにして得た焙焼ペレットを自然降下式の縦型シャフト炉で粗還元する。ここで自然降下式の縦型還元炉に限定した理由は、一つにはシャフト炉内で還元ペレットが常に移動していることおよび他の一つには上層部のペレットにより荷重を付加されながら、つまり $800\sim 1100^\circ\text{C}$ の熱間圧縮状態に近い方法で還元されることにある。これは原理的には海綿鉄に外力を加えて圧縮する特公昭47-2020号公報に記載された技術に類似しているが、シャフト炉還元では熱間で圧縮すること、および還元と同時に圧縮するために冷間圧縮する程の外力は不必要なことの点で異なる。これらの理由で縦型シャフト炉を使用する意義があり、これによつて高密度還元ペレットが得られる。そして粗還元では $\text{T}\cdot\text{Fe}$ 分77重量%以上の

( 15 )

く、一方、 $800^\circ\text{C}$ および3時間未満の還元条件では、ミルスケールペレットは還元されるものの比較的多孔質の海綿鉄となり、最終鉄粉の見掛密度は低下するのでよくない。この多孔質の還元ペレットに対する次工程の過度な粉砕によつても鉄粉の見掛密度が上昇するが、高い圧粉密度、焼結密度値が得にくい。

本発明で用いるミルスケールペレットは鉄鉱石ペレットと異なり、非金属介在物が圧倒的に少ないため、ミルスケール還元ペレットはシャフト炉還元で適度に焼結が進行し、理想的な高密度鉄粉用ペレットとなる。

粗還元したペレットは公知の方法を用いて粗粉砕、中粉砕、微粉砕等の工程を経て $-100\text{メツシュ}$ の粗還元鉄粉とする。この本発明の還元ペレットは従来のヘガネス法による海綿鉄よりも粉砕されやすい。

その後の仕上還元は、還元点 $20\sim 40^\circ\text{C}$ でアンモニア分解ガス中あるいは $\text{H}_2$ ガス中で $700\sim 1100^\circ\text{C}$ の温度で、2~8時間の還元を施せばよい。

( 17 )

還元ペレットが得られる。また、焙焼ペレットの粗還元は、自然降下式の直接還元プロセスであれば、Midrex, Armco, Purofer, HyL, HIB, FIOR 等のいずれの公知方式であつてもよく、また、規模の点では大型、小型のいずれでもよい。この際の還元温度は $800\sim 1100^\circ\text{C}$ で還元滞留時間は3~10時間とするのが望ましい。還元ガスは $\text{N}_2$ ガスを除いて $\text{H}_2$ ガス35Vol%以上、 $\text{CO}$ ガス50Vol%以下、 $\text{CO}_2$ 、 $\text{CH}_4$ 、 $\text{H}_2\text{O}$ ガスの総量が13Vol%以下からなる組成のガスを使用するのが好ましい。このとき、 $\text{CO}$ ガスが50Vol%を超えると還元ペレットへの浸炭が激しくなり、また、前記の圧縮により密度は上昇するのであるが、ヘマタイトの $\text{CO}$ ガス還元に見られるように見掛密度の高いペレットが得にくい。さらに、 $\text{H}_2$ ガスが35Vol%未満ではヘマタイトの還元にみられるごとく多孔質の海綿鉄となるので好ましくない。還元条件については、 $1100^\circ\text{C}$ および10時間を超えると還元ペレットは過度な焼結を起して粗還元後のペレットの粉砕が困難となるので望ましくない

( 16 )

次に仕上還元後のケーキを解砕して $-100\text{メツシュ}$ 粉とし、この $-100\text{メツシュ}$ の鉄粉を150、200、250、325メツシュの各篩で分級し、粒度精成した後たとえば粉末冶金用鉄粉とする。

なお、本発明法では原料および還元ペレットに非金属介在物が非常に少なく、また外部からの混入もないため磁力選鉱の必要はない。また、本発明法では鉄鉱石を大量にペレット化する工程と類似の技術を用いるので短時間に大量に処理することができ、さらに直接還元用のシャフト炉を使用できるため安価かつ大量に特性の優れた鉄粉を製造できる。

つぎに、本発明法を実施例によりさらに具体的に説明する。

第1表に示す分析値を有し、かつ第2表に示す粒度分布を有するミルスケール粉およびハマスレー鉱石粉を原料として、皿の直径1500mmφの皿型造粒機によりペレット径5~15mmφのミルスケールペレット4100kgおよびハマスレー鉱石ペレット2000kgを製造した。

( 18 )

第 1 表

分析値 原料	ベレット用酸化鉄の分析値 (重量%)									
	T.Fe	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	P	S	Mn	Cu	
本発明法の原料	74.4	00.44	00.29	00.07	00.11	0.004	0.007	0.36	1.1	
ミルスケール										
従来法のベレット用 鉱石 ハマスレー	65.8	2.8	1.4	0.07	0.12	0.03	0.008	0.05	0.004	

( 19 )

これらの原料を用いて造粒する際、バインダーとしてポリビニルアルコール(重合度1500)5重量%水溶液をミルスケールおよびハマスレー鉱石1kgに対して70ccを添加した。これらのベレットを1200、6時間大気中で乾燥したのち、ケロシンを燃料とするロータリーキルン(直径950mm、炉長1400mm)で焙焼した。そのときのミルスケールベレットの焙焼温度は800℃、ハマスレーベレットの焙焼温度はもつとも強度が得られる温度1100℃とした。また、前記温度での滞留時間は65時間とした。得られた焙焼ベレットの50個の平均圧潰強度はミルスケールベレットで280kg、ハマスレーベレットで240kgであつた。このように、ミルスケールベレットの強度はハマスレーのものに比較して高い値であつた。また、550℃での還元崩壊性指数は、ミルスケールベレットで5.6%、ハマスレーベレットで9.2%であり、ミルスケールベレットの方が崩壊しにくいことが明らかである。

これらの焙焼ベレットを排出量10t/dayの能

( 21 )

第 2 表

粒度 原料	ベレット用酸化鉄の粒度分布 (重量%)			
	-42# ~ +100#	-100# ~ +200#	-200# ~ +325#	-325#
本発明法の原料 ミルスケール	17	29	32	22
従来法のベレット用 鉱石 ハマスレー	0	2	18	80

( 20 )

力を持つシャフト炉で還元した。この還元条件および還元ベレットの特性を第3表に示す。

( 22 )

第 3 表

方法			還元条件 ペレット特性 原料	還元条件							還元ペレットの特性				
				還元温度 (℃)	還元保持 時間 (hr)	炉内全溜 留時間 (hr)	還元ガス組成 (Vol%)				見掛け密度 (g/cm <sup>3</sup> )	金属化率 (%)	T.Fe (重量%)	M.Fe (重量%)	C (重量%)
							H <sub>2</sub>	CO	N <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub> +CH <sub>4</sub> +H <sub>2</sub> O					
本 発 明 法	A	シャフト炉	ミルスケール ペレット	900	9	19	22.5	22.5	50	5.0	3.2	98.0	97.8	95.8	0.11
	B	シャフト炉	ミルスケール ペレット	900	9	19	33.8	33.8	25	7.4	3.9	97.9	97.1	95.1	0.14
従 来 法	C	シャフト炉	鉄鉱石 ペレット	900	9	19	22.5	22.5	50	5.0	2.6	89.3	85.4	76.3	0.048
	D	槽型 静置炉	ミルスケール ペレット	900	9	15	31	23	45	1.0	3.6	80.3	94.2	83.2	1.04
	E	トンネル炉	ミルスケール 粉末	1100	50	110	*	*	*	*	2.8	97.8	97.1	95.0	0.37

\* コークス還元

( 23 )

まず、ミルスケールペレット4100kgのうち2000kgを第3表に示す本発明法Aの条件で、また、残部ミルスケールペレットのうち2000kgを第3表の本発明法Bの条件でそれぞれ還元した。シャフト炉での還元ガスは重油部分酸化法で製造され、そのガスをN<sub>2</sub>ガスでうすめて還元に供した。

次に、本発明法Aと同一条件でハマスレーペレット2000kgを還元して実施例Cとした。

さらに、残りのミルスケールペレット100kgから10kgを取り出し、プロパン変成ガスを還元ガスとして槽型静置炉で還元した。この実施例を第3表に従来法Dで示した。また、同時に、第2表と同一粒度を有するミルスケール粉180kgを充填して、コークスで還元するヘガネス法でトンネル炉を用いて還元した実施例を第3表の従来法Eとして示した。

そこで、実施例のうち本発明A、Bおよび従来法C、D、Eで得られた還元ペレットの特性をそれぞれ測定した。ただし、実施例Eではペレット

状でなくして海綿鉄ケーキである。これらを同時に第3表に示す。

本発明法AおよびBで得られる還元ペレットの見掛け密度はいずれも3.0g/cm<sup>3</sup>を超え、かつ金属化率は97.9%以上となり、また、炭素含有量は0.14重量%以下となり、鉄粉の原料海綿鉄として優れている。しかし、従来法Dでは還元ペレットの見掛け密度こそ3.6g/cm<sup>3</sup>であるが、金属化率は80.3%と低い値を示し、一見したところ粗還元時間が不足しているように見えるが、炭素含有量が1.04重量%となつていることから粗還元時間は十分である。このように炭素を多く含む海綿鉄は過度な脱炭が必要で、鉄粉の原料として不適当である。また、従来法C、Eでは海綿鉄の見掛け密度が3.0g/cm<sup>3</sup>未満となり、これらの海綿鉄から高見掛け密度の鉄粉の製造は不可能である。さらに、鉄鉱石を原料とする実施例Cにおいては、還元ペレットの見掛け密度および金属化率は非常に低い。

つぎに、本発明法A、Bおよび従来法C、D、Eで得られた還元ペレットを同一条件で粗粉砕、

( 24 )

( 25 )

中粉碎、微粉碎し、-100メッシュとした後、アンモニア分解ガス（露点30℃）で900℃、6時間の仕上還元を施した。

仕上還元後の鉄粉の化学分析値を第4表に示す。

第 4 表

方法	原料	分析値	仕上還元後の化学分析値 (重量%)						
			T.Fe	M.Fe	C	Si	Mn	P	S
本発明法	A シヤフト炉	ミルスケール ペレット	99.4	98.5	0.007	0.031	0.38	0.009	0.005
	B シヤフト炉	ミルスケール ペレット	99.5	98.9	0.006	0.032	0.38	0.009	0.005
	C シヤフト炉	鉄鉱石 ペレット	96.3	95.1	0.007	1.40	0.04	0.010	0.005
従来法	D 横型 静置炉	ミルスケール ペレット	99.0	98.2	0.005	0.036	0.39	0.009	0.006
	E トンネル炉	ミルスケール 粉末	99.0	98.3	0.005	0.032	0.32	0.008	0.005
	F トンネル炉	市販鉄粉 粉末	99.2	97.8	0.007	0.024	0.23	0.006	0.005
	G トンネル炉	市販鉄粉 粉末	98.8	97.6	0.007	0.061	0.026	0.009	0.008

(注) A～Eの仕上還元条件：アンモニア分解ガスで900℃、6時間還元、露点30℃。

( 26 )

本発明法A、Bで得られた鉄粉のT・FeおよびM・Feは、従来法C、D、Eおよびミルスケール粉末または鉄鉱石粉末を原料としてヘガネス法（従来法）で製造したF、G鉄粉よりも高かった。また、Mnを除くその他の成分C、Si、P、Sの量は同程度であつた。しかし、従来法Cの鉄粉は鉄石を原料としたためにSi量が極めて高い。

第5表には、本発明法および従来法で得られた鉄粉の粉体特性を示す。

第 5 表

方法	原料	特性	還元残量 (重量%)	見掛け密度 (g/cm <sup>3</sup> )	流動度 (sec/50g)	粒度分布 (重量%)				
						-100/+150#	-150/+200#	-200/+250#	-250/+325#	-325#
本発明法	A シヤフト炉	ミルスケール ペレット	0.09	2.73	23.6	20.1	18.5	18.3	18.3	24.8
	B シヤフト炉	ミルスケール ペレット	0.09	2.72	23.7	20.5	19.2	18.5	18.2	23.6
	C シヤフト炉	鉄鉱石 ペレット	0.25	2.30	27.8	20.3	19.1	16.3	19.7	24.6
従来法	D 横型 静置炉	ミルスケール ペレット	0.09	2.58	25.1	21.7	18.7	16.8	22.7	20.1
	E トンネル炉	ミルスケール 粉末	0.05	2.49	26.2	25.3	23.0	14.0	19.9	16.8
	F トンネル炉	市販鉄粉 粉末	0.16	2.56	24.1	26.1	25.9	16.8	16.8	14.4
	G トンネル炉	市販鉄粉 粉末	0.17	2.49	26.3	20.0	24.9	12.3	19.9	22.9

( 28 )

( 29 )



第5表において、本発明法 A、B では鉄粉の見掛密度値が  $272g/cm^3$  以上となっているが、従来法ではその値が高々  $258g/cm^3$  である。

第6表には、本発明法および従来法で得られた圧粉体および焼結体の特性を示す。

第 6 表

方法	特 性	圧粉密度 ( $g/cm^3$ )	ラトラー (重量%)	焼結密度 ( $g/cm^3$ )	引張強度 ( $kg/mm^2$ )	伸 び (%)
	原 料					
本発明法	A ジャフト炉 ミルスケール ペレット	6.83	0.71	6.90	20.2	13.2
	B ジャフト炉 ミルスケール ペレット	6.84	0.72	6.91	20.5	13.1
従 来 法	C ジャフト炉 鉄鉱石 ペレット	6.50	0.98	6.61	13.5	4.5
	D 炉型 貯蔵炉 ミルスケール ペレット	6.68	0.94	6.80	17.8	10.2
	E トンネル炉 ミルスケール 粉末	6.80	0.79	6.85	19.5	12.0
	F トンネル炉 市産鉄粉 ミルスケール 粉末	6.74	0.72	6.79	19.2	8.3
	G トンネル炉 市産鉄粉 鉄鉱石 粉末	6.64	0.42	6.63	18.4	6.5

注 (1) 潤滑剤ステアリン酸亜鉛 / 重量% 混合、成形圧力  $5t/cm^2$

(2) アンモニア分解ガス中  $1150^\circ C$ 、1時間焼結。

( 30 )

第6表によると、従来法の還元鉄粉 C、D、E、F、G に比較して本発明法 A、B では圧粉密度値が  $683g/cm^3$  以上と高く、圧粉体の先端摩耗試験であるラトラー値も比較的 low、成形性も良好である。また、焼結密度値も  $690g/cm^3$  以上となり、引張強度、伸び等の機械的特性も非常に高い値を示した。

以上の実施例からも明らかな如く、本発明の高密度還元鉄粉の製造方法によれば、見掛密度  $272g/cm^3$  以上、圧粉密度  $683g/cm^3$ 、焼結密度  $690g/cm^3$ 、機械的強度のうち引張強度  $20.2kg/mm^2$  以上の非常に優れた還元鉄粉を製造することができ、本発明法は従来法に比して大幅に改善された。

前述のように、本発明法では従来の還元鉄粉よりも見掛密度、圧粉密度、焼結密度が高く、機械的強度に優れしかも成形性が良く、粉末冶金等の用途に好適な還元鉄粉を大量に製造することができる優れた効果を有する。

( 32 )